

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-325183

(43)公開日 平成5年(1993)12月10日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 1 1 B 5/84	B	7303-5D		
5/72		7215-5D		

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 4 頁)

(21)出願番号	特願平4-127693	(71)出願人	000001199 株式会社神戸製鋼所 兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号
(22)出願日	平成4年(1992)5月20日	(72)発明者	佐藤 元治 兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内
		(72)発明者	大西 良彦 兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内
		(72)発明者	林 菊三郎 兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内
		(74)代理人	弁理士 金丸 章一

(54)【発明の名称】 磁気ディスクの製造方法

(57)【要約】

【構成】 基板温度 250℃以上にて基板の上に、磁性体層、保護層を順にスパッタ法により形成して磁気ディスクを製造するに際し、保護層の構成材料として前記基板温度において磁性体層中へ拡散しない非拡散性元素、例えばZrを用いるようにする。

【効果】 CoCr系合金磁性体層中の結晶粒界に基板温度を高めることによって偏析が促進されるCrの偏析量が、保護層を構成する非拡散性元素によって減少するということがなく、高い保磁力を有する磁気ディスクが得られる。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板温度 250℃以上にて基板の上に、磁性体層、保護層を順にスパッタ法により形成して磁気ディスクを製造する方法において、前記保護層の構成材料として前記基板温度において前記磁性体層中へ拡散しない非拡散性元素を用いることを特徴とする磁気ディスクの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、高い保磁力を有する磁気ディスクが得られるようにした、磁気ディスクの製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 周知のように、情報量の増大に対応するため、磁気ディスク装置の高容量化及び磁気ディスクの高密度化が図られている。記録密度向上のためには、記録媒体（磁性体層）の厚みを薄くすることが必要とされている。この点から、媒体膜厚減少に限界がみられる塗布型磁気ディスクに代わるものとして、基板上にスパッタ法により磁性体層を形成した構造のスパッタ薄膜型磁気ディスクが注目されており、その一部は実用に供されている。

【0003】 また、磁性体層（磁性層）の厚みを薄くすることとともに、保磁力（Hc）を高めることが記録密度向上のための有力な手段となっている。そのため、従来、スパッタ薄膜型磁気ディスクにおいては、保磁力を高めるために基板温度を通常の温度 150～250℃程度よりも高くした状態で、基板の上に、CoNiCrなどのCoCr系合金よりなる磁性体層（磁性層）、保護層を順にスパッタ法により形成して、磁気ディスクを作製するようにした方法が知られている（例えば、石川ほか、第11回日本応用磁気学会学術講演概要集、1pA-10、p.18、1987、堀川ほか、第14回日本応用磁気学会学術講演概要集、8pB-16、p.27、1990）。

【0004】 上記のようにした磁気ディスクの製造方法では、CoCr系合金よりなる磁性体層上に、保護層としてC（炭素）よりなるC保護層を形成するようにしている。そして、保磁力向上の理由としては、基板温度を通常の温度よりも高めることにより、CoCr系合金磁性体層中の結晶粒界へのCrの偏析が促進されることにあると考えられている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 ところが、この従来の技術では、例えば基板温度を 300℃よりも高くした状態で、CoCr系合金磁性体層、C保護層を順に形成するようにした場合には、保磁力が低下するという問題がある。そこで、本発明者らは、この保磁力低下の原因について研究を重ねた結果、基板温度 250℃以上にて基板の上に、CoCr系合金磁性体層、C保護層を順にスパッタ法により形成する場合、保護層の構成材料であるCがCoCr系

2

合金磁性体層中へ拡散することを突き止めた。

【0006】 この発明は、上記の知見に基づいて考え出されたものであって、基板温度 250℃以上にて基板の上に、磁性体層、保護層を順にスパッタ法により形成して、磁気ディスクを製造するに際し、保護層の構成材料として上記基板温度において磁性体層中へ拡散しない非拡散性元素を用いることにより、高い保磁力を有する磁気ディスクが得られるようにした、磁気ディスクの製造方法の提供をその目的とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 上記の目的を達成するために、この発明による磁気ディスクの製造方法は、基板温度 250℃以上にて基板の上に、磁性体層、保護層を順にスパッタ法により形成して磁気ディスクを製造する方法において、前記保護層の構成材料として前記基板温度において前記磁性体層中へ拡散しない非拡散性元素を用いることを特徴とする。

## 【0008】

【作用】 本発明者らは、上述した保磁力低下の原因について研究を重ねた結果、基板温度 250℃以上にて基板の上に、CoCr系合金磁性体層、C保護層を順にスパッタ法により形成する場合、C保護層の構成材料であるCがCoCr系合金磁性体層中へ拡散すること突き止めた。このことから、CoCr系合金磁性体層中の結晶粒界に基板温度を高めることによって偏析が促進されるCrの偏析量が、上記Cの拡散によって減少することにより、保磁力が低下するものと考えた。また、基板上に、非磁性元素であり広く用いられる例えばCrよりなるCr下地層、磁性体層、C保護層を順に有する構造の磁気ディスクにおいては、磁性体層上にC保護層を形成すると、Cr下地層から磁性体層中の結晶粒界へ偏析していたCrを引き寄せ、Cr偏析量が減少することにより、保磁力が低下するものと考えた。なお、基板上に、Cr下地層、CoCr系合金磁性体層、及びC保護層を有する構造の磁気ディスクにおいても、上記のことから、CoCr系合金磁性体層におけるCr偏析量が減少し、保磁力が低下するものと考えた。

【0009】 そこで、保護層の構成材料として、250℃以上の基板温度において磁性体層中へ拡散しない非拡散性元素を用いることにより、磁性体層中の結晶粒界におけるCr偏析量の減少をなくして、高い保磁力を有する磁気ディスクが得られるようにしたのである。上記保護層を構成する非拡散性元素としては、Li、Be、B、Na、Mg、Al、Si、P、S、K、Ca、Sc、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Ga、Ge、As、Se、Sr、Y、Zr、Nb、Mo、Ru、Rh、Pd、Ag、Cd、In、Sn、Sb、Te、I、Ba、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Hf、Ta、W、Re、Os、Ir、Pt、Au、Tl、Pb、及びBiの群から選ばれた1種、もしくは、H、Li、Be、B、C、N、O、F、Na、Mg、Al、Si、P、S、Cl、K、Ca、Sc、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Ga、G

3

e、As、Se、Br、Rb、Sr、Y、Zr、Nb、Mo、Ru、Rh、Pd、Ag、Cd、In、Sn、Sb、Te、I、Ba、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Hf、Ta、W、Re、Os、Ir、Pt、Au、Tl、Pb、及びBiの群から選ばれた2種以上を挙げることができる。なお、潤滑性を高めるために、必要に応じて上記非拡散性元素よりなる保護層上に、従来のCなどを用いた層を形成するようにしてもよい。

【0010】この発明による方法においては、基板としては、カーボン基板、強化ガラス基板、結晶化ガラス基板、セラミック基板、チタン基板、およびシリコン基板などが挙げられる。なお、アルミニウム合金基板、無電解NiPめっき基板は、基板温度250℃以上においては変形し易いなどの耐熱性点で劣り、現状では好ましくない。

【0011】この発明による方法が適用される磁気ディスクの磁性体層の媒体材料としては、CoNiCr、CoCrTa、CoCrPtなどのCoCr系合金が挙げられる。また、下地層として例えばCr下地層を有する磁性体層の媒体材料としては、上記CoNiCr、CoCrTa、CoCrPtなどの他に、CoNiPt、 $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>などが挙げられる。

【0012】

【実施例】以下、この発明の実施例について説明する。

〔実施例1〕まず、磁気ディスクの基板としてのカーボン基板の作製について説明すると、炭化焼成後にガラス質炭素となる熱硬化性樹脂であるフェノール・フォルムアルデヒド樹脂を磁気ディスク形状に成形した後、N<sub>2</sub>ガス雰囲気中で1000~1500℃の温度で予備焼成する。次いで、これを熱間静水圧加圧装置(HIP)を使用して2500℃に加熱しつつ2000気圧の等方的圧力を加えてHIP処理する。この得られた成形体に所定の周端面加工、表面研磨を施して、厚さ1.27mmの3.5インチ用のカーボン基板とした。

【0013】インライン式D.C.マグネトロンスパッタ装置を用いて、カーボン基板上に、下地層として厚み3000ÅのCr層と、CoCr系合金磁性体層として厚み600ÅのCo<sub>62.5</sub>Ni<sub>30</sub>Cr<sub>7.5</sub>層と、保護層として厚み300ÅのZr層とを、この記述順に順次形成して、磁気ディスクを作製した。この場合、Arガス圧は $3 \times 10^{-3}$ Torrとし、基板温度を250~600℃の範囲(図1参照)で変化させ、各基板温度条件毎に、磁気ディスクを作製した。また、上記のZr層に代えてC層を形成して比較例としての磁気ディスクを作製した。

【0014】作製したこれらの各磁気ディスクから8×8mm寸法の試料を切り出し、振動試料型磁力計(VSM)を用いて磁気特性を測定した。保磁力H<sub>c</sub>の測定結果を図1に示す。図1から理解されるように、比較例の磁気ディスクにおいては、基板温度を300℃よりも高めると、C保護層の構成材料であるCのCo<sub>62.5</sub>Ni<sub>30</sub>Cr<sub>7.5</sub>層中への拡散がより進行することにより、磁性体層である

4

Co<sub>62.5</sub>Ni<sub>30</sub>Cr<sub>7.5</sub>層中の結晶粒界におけるCr偏析量が減少し、基板温度を高めるに従って保磁力が低下している。これに対して、この実施例の方法では、保護層の構成材料として、250℃以上の基板温度においてもCo<sub>62.5</sub>Ni<sub>30</sub>Cr<sub>7.5</sub>層へ拡散しない非拡散性元素であるZrを用いるようにしたので、Co<sub>62.5</sub>Ni<sub>30</sub>Cr<sub>7.5</sub>層中の結晶粒界に基板温度を高めることによって偏析が促進されるCrの偏析量が、Zrによって減少することがなく、基板温度を高めるに従って保磁力が向上し、高い保磁力を有する磁気ディスクが得られた。

【0015】なお、基板温度400℃にて作製した実施例及び比較例による磁気ディスクについて、その深さ(厚み)方向の組成をESCA分析(electron spectroscopy for chemical analysis)により分析した。その結果、比較例による磁気ディスクでは、CのCo<sub>62.5</sub>Ni<sub>30</sub>Cr<sub>7.5</sub>層中への拡散が確認された。これに対して、実施例による磁気ディスクでは、ZrのCo<sub>62.5</sub>Ni<sub>30</sub>Cr<sub>7.5</sub>層中への拡散は、認められなかった。

【0016】〔実施例2〕基板としてカーボン基板に代えて以下に述べる基板を使用するようにしたこと以外は、実施例1と同様の方法で磁気ディスクをそれぞれ作製し、各磁気ディスクの保磁力を測定した。その結果、強化ガラス基板、結晶化ガラス基板、セラミック基板、チタン基板、及びシリコン基板をそれぞれ用いた場合にも、これらの基板の種類によらず、実施例1と同様の保磁力を有する磁気ディスクが得られた。

【0017】〔実施例3〕保護層の構成材料としてZrに代えて以下に述べるものを用いるようにしたこと以外は、実施例1と同様の方法で磁気ディスクをそれぞれ作製し、各磁気ディスクの保磁力を測定した。その結果、Be、Mg、Al、Si、Sc、Ti、V、Cr、Cu、Zn、Ge、Y、Nb、Mo、Pd、Hf、Ta、W、Pt、Au、Pb、Bi、La、Ce、Pr、Nd、及びEuをそれぞれ単独で用いて保護層を形成した場合にも、これらの構成材料の種類によらず、実施例1と同様の保磁力を有する磁気ディスクが得られた。

【0018】〔実施例4〕保護層の構成材料としてZrに代えて以下に述べるものを用いるようにしたこと以外は、実施例1と同様の方法で磁気ディスクをそれぞれ作製し、各磁気ディスクの保磁力を測定した。その結果、NiP、SiN、SiC、TiC、ZnSe、及びZnSをそれぞれ単独で用いて保護層を形成した場合にも、これらの構成材料の種類によらず、実施例1と同様の保磁力を有する磁気ディスクが得られた。

【0019】〔実施例5〕Co<sub>62.5</sub>Ni<sub>30</sub>Cr<sub>7.5</sub>層に代えて以下に述べる磁性体層を形成するようにしたこと以外は、実施例1と同様の方法で磁気ディスクをそれぞれ作製し、各磁気ディスクの保磁力を測定した。その結果、CoCrTa層、CoCr層、CoNiPt層、CoCrPt層、及び $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層をそれぞれ形成した場合にも、Cを用いて保護層を形成したものに比べて、高い保磁力を有する磁気ディスク

5

クが得られた。

【0020】

【発明の効果】以上述べたように、この発明による磁気ディスクの製造方法によると、基板温度 250℃以上にて基板の上に、磁性体層、保護層を順にスパッタ法により形成して磁気ディスクを製造するに際し、保護層の構成材料として前記基板温度において磁性体層中へ拡散しない非拡散性元素を用いるようにしたものであるから、磁\*

6

\*磁性体層中の結晶粒界に基板温度を高めることによって偏析が促進されるCrの偏析量が、保護層を構成する非拡散性元素によって減少するということがなく、高い保磁力を有する磁気ディスクが得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明の一実施例により得られた磁気ディスクに関する基板温度と保磁力との関係を示す図である。

【図1】

